

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-151639

(P2001-151639A)

(43) 公開日 平成13年6月5日 (2001.6.5)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テームコード<sup>\*</sup> (参考)

A 6 1 K 7/02  
7/00

A 6 1 K 7/02  
7/00

P 4 C 0 8 3  
J

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平11-330703

(22) 出願日

平成11年11月19日 (1999. 11. 19)

(71) 出願人 000004178

ジェイエスアール株式会社

東京都中央区築地2丁目11番24号

(72) 発明者 安田 健二

東京都中央区築地二丁目11番24号ジェイエ  
スアール株式会社内

Fターム (参考) 4C083 AB172 AB212 AB242 AC012

AC022 AC122 AC242 AC422

AC442 AD021 AD022 AD092

AD242 BB22 BB24 BB26

CC01 CC05 DD17 DD31 EE06

(54) 【発明の名称】 化粧料

(57) 【要約】

【課題】 使用感、スベリ性にすぐれた化粧料を得る。

【解決手段】 粒径分布 (C V 値) が、15%以下である微粒子を含有することを特徴とする化粧料。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 粒径分布（CV値）が、15%以下である微粒子を含有することを特徴とする化粧料。

【請求項2】 微粒子が合成高分子または天然高分子からなることを特徴とする請求項1記載の化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、良好なスベリ感、展延感、サッパリ感、ソフトネスを有する化粧料に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来よりクリーム、ファンデーションなどの化粧料には、各種化合物に加え種々の粒子状材料が適宜配合され使用されてきた。これらを例示すれば、合成高分子微粒子については、ポリスチレン、ナイロン、ポリアクリル、ポリエチレン、シリコーン、ウレタンなどを挙げることができ、他の天然有機高分子としては、セルロース、アガロースなどの多糖類、ポリーL-リジン、絹などのポリペプチドなどを例示することができる。さらに天然無機化合物、金属酸化物については、雲母、タルク、酸化チタン、酸化亜鉛などの使用を例示することができる。これら微粒子の調製方法は、合成高分子微粒子にあっては、合成段階から均一な球形になるよう乳化重合、懸濁重合、沈殿重合などの手法が応用され、あるいは適宜溶液状態からの析出、沈殿の手法が選択して使用される。また、天然無機化合物、金属酸化物に代表されるように均一な球形に用意に制御出来ないものについては、塊状の原体を粉砕機により粉砕し、その後疎粒子を除去したものが好適に使用されてきた。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】上記の天然無機化合物、金属酸化物の粉体の形状は、球状、鱗片状、針状、無定形といった各種のものがあるが、大きさが不揃いであるケースが多く、かつ天然無機化合物、金属酸化物の比重が他の有機系高分子化合物に比較して大きく、化粧料に配合し使用した時の使用感があまり好ましいものではないことが指摘されてきた。この点、乳化重合、懸濁重合などで得られる合成高分子微粒子あるいは天然有機高分子微粒子は、天然無機化合物ないし金属酸化物などに比較して、比重の比較的軽く、かつ粒子の形状が真球に近く使用感が改善される傾向にあった。しかしながら、これら合成高分子微粒子にあっては、従来技術で得られる微粒子の粒径分布は、その重合技術の制約上、最大粒径に限界があったり、また粒径分布が比較的広いものを使用せざるを得ないのが現状であった。これら従来技術の微粒子を配合した化粧料にあっては、その使用感が依然今一歩であり、一層の改善が強く求められて来た。本発明者は、以上の状況に鑑み鋭意検討の結果、特定の粒径分布を有する合成高分子微粒子及びまたは天然有機高分子微粒子を配合することで、化粧料使用時の

感触を大幅に改善することができることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0004】以下、本発明について詳細に説明する。本発明においては、化粧料に配合する微粒子として粒径分布の広がり（CV値）が、15%以下である微粒子を配合することを特徴とする化粧料を提供することができる。使用する高分子微粒子の粒径分布が15%以上である場合は、初期に期待するスベリ感、展延感、サッパリ感、ソフトネスについての改良効果が十分でなくなる。

特に好ましくは、CV値で11%、特に好ましくは、8%以下の粒径分布を有する微粒子を配合することが、より一層好ましい改良効果を得ることができる。

【0005】本発明において、粒径分布の広がり（CV値）とは、微粒子の粒径の標準偏差値をその粒子の平均粒径で除した値を%表示したものである。

粒径分布広がり（CV値、%）＝（微粒子粒径の標準偏差値／平均粒径）×100

より具体的には、計測したい微粒子をコロジオン膜またはガラスプレートなどの基板上に微粒子をのせ、必要に応じて微粒子を乾燥、染色または基板に固定する。ついで、基板上の微粒子を電子顕微鏡、光学顕微鏡により観察し、その粒径につき500個以上計測する。以下は定法に従い平均粒径、標準偏差値、CV値を算出することができる。

【0006】使用される合成高分子微粒子および天然高分子粒子の材質については特に規定はないが、以下のものを示すことができる。

合成高分子；ポリスチレン、ポリ $\alpha$ -メチルスチレン、ポリクロロメチルスチレンなどのポリスチレン系高分子、ポリメチルメタクリレート、ポリエチルメタクリレート、ポリプロピルメタクリレート、ポリ $n$ -ブチルメタクリレートなどのメタクリル系高分子、ポリエチレン、ポリプロピレンなどのポリオレフィン系高分子、ポリジメチルシロキサン、ポリフェニルメチルシロキサンなどのシリコン系高分子、4, 6-ナイロン、6, 6-ナイロン、ポリリジンなどのポリアミド系高分子ないしポリアミノ酸、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレートなどのポリエステル系高分子、TDI、HMDIなどのイソシアナート化合物を1, 4-ブタンジオール、ヘキサメチレンジアミンなどで鎖延長したポリウレタンないしポリウレア系高分子、ポリカーボネート系高分子などを例示することができる。

天然高分子；セルロース、アガロース、キチン、ペクチンなどの多糖類、ケラチン、コラーゲン、アルブミン、グロブリンなどのタンパク質である。

【0007】本発明においては、これら微粒子に関して上述の単一組成に限らず、重合体にあっては目的とする改良効果を損なわない範囲で他のモノマー種を共重合体として導入することができ、共重合モノマーを導入することで、得られる化粧料の取扱性、使用感および工業的

には製造コスト低減を計ることもできる。このような共重合モノマーの導入としては、例えば、ポリスチレン系、ポリメタクリル系など共役系モノマーよりなる高分子にあっては、スチレン類モノマー、アクリル酸及びエチルアクリレートなどの如きアクリル酸エステル類モノマー、メタクリル酸およびメタクリル酸エステル類モノマー、アクリロニトリル、メタクリロニトリルなどの不飽和ニトリル類モノマー、アクリルアミドなどの不飽和アミド類モノマー、ブタジエン、クロロプレンなどのジエン類モノマーを例示しうる。また、ポリエチレン、ポリプロピレンなど非共役系モノマーからなる高分子にあっては、エチレン、プロピレン、ブテン、ヘキセンなどのオレフィン類モノマーから適宜選択することができる。

【0008】本発明において、合成高分子微粒子および天然高分子微粒子ともに表面を変性することもできる。具体的例示すれば、ポリメタクリレート系微粒子の表面にポリジメチルシロキサンなどの被覆層を付与し、両組成の特徴を同時に活かすとともに、製造費の低減効果を期待しうる。また、ポリアクリレート系微粒子表面にガラス転移点が室温以上の重合性モノマー、例えばスチレン、メチルメタクリレートなどのモノマーからなる重合被覆層を設けて、特性の一層の改良並びに取り扱い性の改良を期待することができる。天然高分子微粒子にあっては、異なって高分子素材をいわゆるコアシェル構造で組成変化を持たせうる。これら組成の変化は、コアシェル、被覆構造であっても良いが、境界の明瞭でない連続的な粒径方向の傾斜材料であっても良い。

【0009】本発明に使用される微粒子は、目的に応じ架橋構造を持たせることができる。これは、化粧料成分に油性成分が含まれている場合、不都合なまでの粒子の膨潤を防止する観点からも好ましいし、一般的には負荷時の継続的な粒径形状の保持の点で好ましい。合成高分子微粒子に架橋構造を導入する最も一般的な方法は、付加重合型のモノマーについては、多官能モノマーを導入することであり、例えばジビニルベンゼン、エチレングリコールジメタクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレートなどを例示することができるし、また過酸化重合開始剤の使用量を増大させても同様の効果を期待しうる。重縮合系高分子、重付加系高分子で重合後微粒子形状を付与するもの、同様に天然高分子微粒子にあっては、これら微粒子形状付与を適切な架橋方法、例えば多官能モノマー添加法、放射線架橋法、加熱法、シアノゲンプロミド法などを対象とする高分子の性質に応じて使用することができる。

【0010】合成高分子微粒子の製造方法に関して、共役系モノマー系高分子では、乳化重合、懸濁重合、沈殿重合などの手法を有効に利用することができる。これら重合方法は、その重合手法の特性上、重合体が直ちに粒子形状をしており、その後簡便な後処理工程を経て本発明の化粧料用途に直ちに使用しうる利点がある。得ら

れる合成高分子微粒子の平均粒径、並びに粒径分布は乳化剤、懸濁保護剤、開始剤、乳化分散程度、温度、時間などの重合条件を調節することで適宜制御される。非共役モノマー系高分子、縮合系高分子、重付加系高分子などでは、重合時に微粒子形状を付加することも可能であるが、一般的にはこれら高分子を溶解しうる溶媒に溶解後、非溶解性媒体に懸濁させ、微粒子形状にした後脱溶の工程を経て合成高分子微粒子を得ることができる。

天然高分子微粒子については、同様溶媒に溶解後微粒子にする手法が好適に利用される。

【0011】本発明において、合成高分子微粒子および天然高分子微粒子の平均粒径は、通常 $0.05\mu\text{m}\sim 1\text{mm}$ 、好ましくは $0.1\mu\text{m}\sim 0.5\text{mm}$ である。平均粒径が $0.05\mu\text{m}$ 未満の微粒子を使用した場合、展延性などの改良効果が減ずる傾向にあり、 $1\text{mm}$ を超える微粒子を使用した場合は、配合された化粧料の使用時に異物感が増大する傾向にあり、好ましくない。本発明において、上記の種々手法で得られた微粒子を化粧料へ配合するに際し、その改良効果をより確実にするために、超微粒子または疎大粒子の除去が、遠心法、濾過法などで実施することができる。また、粒径が同じであれば、異なる組成の微粒子を適宜混合して使用することも可能である。

【0012】このようにして得られたポリアミノ酸またはその誘導体の粒子は、ファンデーション、口紅、パウダーリップ、頬紅、アイシャドウ、アイライナー、マスカラ、ダスティングパウダー等のメイクアップ化粧料や、ベビーパウダー、シェービングローション、カラミンローション、洗顔クリーム、乳液、ピールオフパック、制汗パウダー等の基礎化粧料の配合成分として使用される。本発明の化粧料における合成高分子粒子および天然高分子粒子の配合量は、化粧料の目的とする用途により異なるが、通常、 $0.1\sim 80$ 重量%、好ましくは $0.5\sim 60$ 重量%である。この場合、配合量が $0.1$ 重量%未満では、ポリアミノ酸粒子の効果が現れにくく、また $80$ 重量%を超えると、肌へのつきが低下する傾向がある。

【0013】また、本発明において、合成高分子微粒子および天然高分子微粒子以外に化粧料に配合される成分は、化粧料の目的とする用途に応じて選択される。例えば、ファンデーション、口紅、パウダーリップ、頬紅、アイシャドウ、アイライナー、マスカラ、ダスティングパウダー等のメイクアップ化粧料には、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト、白雲母等の無機粉体類；酸化チタン、酸化亜鉛、黄酸化鉄、黒酸化鉄、チタン雲母等の無機顔料；赤色201号（バリウムレーキ）、赤色226号（カルシウムレーキ）、黄色4号（アルミニウムレーキ）等の有機顔料；スクワラン、ワセリン、流動パラフィン等の炭化水素類；高級脂肪酸、油脂、エステル、高級アルコール、シリコン油等のオイル成分のほ

か、紫外線吸収剤、酸化防止剤、防腐剤、香料等が配合される。また、ベビーパウダー、シェービングローション、カラミンローション、洗顔クリーム、乳液、ピールオフパック、制汗パウダー等の基礎化粧品には、エタノール、ブチレングリコール、グリセリン、セタノール、ポリエチレングリコール等のアルコール類；ステアリン酸等の高級脂肪酸類；ポリオキシエチレンモノステアレート、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート等の界面活性剤；塩化アルミニウム、クロロヒドロキシアルミニウム等の制汗剤、塩化ベンザルコニウム、レゾルシン等の殺菌剤のほか、水、防腐剤、増粘剤、保湿剤、香料等が配合される。

## 【0014】

【発明の実施の形態】以下に、実施例を挙げて、本発明の実施の形態を具体的に説明する。

## 【0015】

## 【実施例】実施例1

(1) ガラス製オートクレーブにイオン交換水100g、スチレン5g、ドデシルベンゼンスルホン酸0.1g、過硫酸カリウム0.5gを仕込み、攪拌下窒素置換後、75度に昇温させ、2時間重合させた。ついでスチレン70g、ターシャリドデシルメルカプタン0.4gを仕込み、さらに6時間反応させた。得られたラテックス粒子の粒径を光散乱式粒度分布計で計測した。平均粒径0.98 $\mu$ m、CV値4.8%のポリスチレン微粒子が得られた。

【0016】(2) イオン交換水110g、クロロドデカン15g、ジクロロメタン11g、ラウリル硫酸ナトリウム0.4g、過酸化ベンゾイル2gを仕込み、ホモジナイザーで混合、乳化状態にさせた。この乳化液を重合用オートクレーブに仕込み、次いで上記(1)で得られたポリスチレン微粒子懸濁液22.2g(ポリスチレン9.5g)、アセトン10g、仕込み40℃で膨潤させた。低沸点溶剤を留去後、スチレン630g、ラウリル硫酸ナトリウム1.1gイオン交換水310gを仕込み、攪拌下60℃で一昼夜重合させた。得られたポリスチレン微粒子の平均粒径は4.8 $\mu$ m、CV値6.1%であった。

(3) 上記(2)で得られたポリスチレン微粒子を以下の配合の化粧用クリームモデル配合物およびパウダー配合物に添加し、15人の女性テストパネラーにより下記の項目につき感性テストを実施し、評価点を10点満点として評価した。

## (A) クリームモデル評価配合

ポリスチレン微粒子 13g

モノミリスチン酸グリセリン 5g

プロピレングリコール 14g

パラフィンワックス 9g

流動パラフィン 29g

ポリオキシエチレンソルビタールモノオレート 4g

シリカ粉末 0.2g

乳化剤 0.2g

蒸留水 25.6g

香料、酸化防止剤 少量

## (B) パウダーモデル配合

ポリスチレン微粒子 75g

ステアリン酸亜鉛 7g

ステアリン酸カルシウム 1gr

酸化チタン 3g

亜鉛華 6g

澱粉 8g

## 【0017】実施例2

(1) ガラス製オートクレーブにイオン交換水100g、メチルメタクリレート6g、ドデシルベンゼンスルホン酸0.2gおよび過硫酸カリウム0.5gを仕込み、攪拌下窒素置換後、80度に昇温させ、3時間重合させた。ついでメチルメタクリレート65g、ターシャリドデシルメルカプタン0.5gを仕込み、さらに8時間反応させた。得られたラテックス粒子の粒径を実施例1と同様に光散乱式粒度分布計で計測した。平均粒径0.65 $\mu$ m、CV値3.3%のポリメチルメタクリレート微粒子が得られた。

(2) イオン交換水120gr、クロロドデカン13g、ジクロロメタン14g、ラウリル硫酸ナトリウム0.5gおよび過酸化ベンゾイル2.2gを仕込み、ホモジナイザーで混合し、乳化状態にさせた。この乳化液に上記(1)で合成したポリメチルメタクリレート微粒子懸濁液20.5g(ポリメチルメタクリレート含有量8.9g)およびアセトン12gを仕込み40℃で膨潤させた。ついで低沸点溶剤を留去後、メチルメタクリレート790g、トリメチロールプロパントリメタクリレート40g、ラウリル硫酸ナトリウム1.7gおよびイオン交換水370gを仕込み、攪拌下65℃で一昼夜重合させた。得られたポリメチルメタクリレート微粒子の平均粒径は5.5 $\mu$ m、CV値4.9%であった。

(3) 実施例1(3)における(A)クリームモデル評価配合および(B)パウダーモデル配合において、ポリスチレン粒子の代わりに上記(2)で得られたポリメチルメタクリレート微粒子を用いた以外は実施例1(3)と同様にしてクリームおよびパウダーを調整し、評価を行った。

## 【0018】比較例1

上記実施例1(3)において、実施例1(2)で得られたポリスチレン微粒子の代わりに市販ポリスチレン微粒子(粒径5 $\mu$ m、CV値23%)を以外は実施例1

(3)と同様にしてクリームおよびパウダーに配合し、評価を行った。

## 【0019】

## 【表1】

	クリーム評価点	パウダー評価点
実施例 1	9.3	8.4
実施例 2	9.5	8.7
比較例 1	5.1	4.9

注) 評価点は15人の10点満点中の評価点の平均値  
【0020】

【発明の効果】本発明の化粧料は、工業的に有利に製造

でき、スベリ感、展延感、サッパリ感、ソフトネスを有するものである。